

PRODUCTION OF PHASE DIFFERENCE FILM

Patent number: JP8094836
Publication date: 1996-04-12
Inventor: ITO YOJI
Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD
Classification:
- **international:** (IPC1-7): G02B5/30; G02F1/13
- **european:**
Application number: JP19940226719 19940921
Priority number(s): JP19940226719 19940921

Report a data error here

Abstract of JP8094836

PURPOSE: To provide a producing method of a phase difference film capable of improving display contrast, gradation characteristic and visual angle characteristic of display color without deteriorating contrast on the front. **CONSTITUTION:** In the producing method of the phase difference film by applying at least a layer composed of a discotic liquid crystal on a supporting body and heating the discotic liquid crystal to orientation, a discotic liquid crystal solution after application is passed through a heating zone in average air flow rate of $\leq 3.0\text{m/sec}$ until the residual volatile matter is reduced to at least $\leq 4\text{wt. \%}$.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

This Page Blank (uspto)

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-94836

(43) 公開日 平成8年(1996)4月12日

(51) Int. C1. 6

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 02 B 5/30

G 02 F 1/13 500

審査請求 未請求 請求項の数 3

O L

(全8頁)

(21) 出願番号 特願平6-226719

(22) 出願日 平成6年(1994)9月21日

(71) 出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 伊藤 洋士

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

(54) 【発明の名称】位相差フィルムの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 正面のコントラストを落とすことなく、表示
コントラスト、階調特性、表示色の視角特性を改良し
る位相差フィルムの製造方法を提供する。

【構成】 支持体上に、少なくともディスコティック液
晶から成る層を塗設し、該ディスコティック液晶を加
熱、配向させる位相差フィルムの製造方法において、該
ディスコティック液晶溶液を塗布してから、少なくとも
残留揮発分が 4 wt % 以下となるまでの間、平均風速が
3.0 m/秒以下の加熱ゾーンを通過する位相差フィル
ムの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持体上に、少なくともディスコティック液晶から成る層を塗設し、該ディスコティック液晶を加熱、配向させる位相差フィルムの製造方法であって、該ディスコティック液晶溶液を塗布してから、少なくとも残留揮発分が4wt%以下となるまでの間、平均風速が3.0m/秒以下の加熱ゾーンを通過することを特徴とする位相差フィルムの製造方法。

【請求項2】 該加熱ゾーンに遮風板が設けられていることを特徴とする請求項1に記載の位相差フィルムの製造方法。

【請求項3】 該加熱ゾーン中、あるいは該加熱ゾーン後に、光照射により該ディスコティック液晶分子を架橋する工程を含むことを特徴とする請求項1に記載の位相差フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ディスコティック液晶から成る位相差フィルムの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 日本語ワードプロセッサーやディスクトップパソコン等のOA機器の表示装置の主流であるCRTは、薄型軽量、低消費電力という大きな利点をもった液晶表示素子に変換されてきている。現在普及している液晶表示素子（以下LCDと称す）の多くは、ねじれネマティック液晶を用いている。このような液晶を用いた表示方式としては、複屈折モードと旋光モードとの2つの方式に大別できる。

【0003】 複屈折モードを用いたLCDは、液晶分子配列のねじれ角が90°以上ねじれたもので、急峻な電気光学特性をもつて、能動素子（薄膜トランジスタやダイオード）が無くても単純なマトリクス状の電極構造でも時分割駆動により大容量の表示が得られる。しかし、応答速度が遅く（数百ミリ秒）、階調表示が困難であり、視角特性が著しく悪いという欠点を持ち、能動素子を用いた液晶表示素子（TFT-LCDやMIM-LCDなど）の表示性能を越えるまでにはいたらない。

【0004】 TFT-LCDやMIM-LCDには、液晶分子の配列状態がほぼ90°ねじれた旋光モードの表示方式（TN型液晶表示素子）が用いられている。この表示方式は、応答速度が速く（数十ミリ秒）、容易に白黒表示が得られ、高い表示コントラストを示すことから他の方式のLCDと比較して最も有力な方式である。しかし、ねじれネマティック液晶を用いている為に、表示方式の原理上、見る方向によって表示色や表示コントラストが変化するといった視角特性上の問題があり、CRTの表示性能を越えるまでにはいたらない。

【0005】 SID'92 Digest p.798などに見られるように、画素を分割し、それぞれ電圧印加時のチルト方向を

逆向きにして、視角特性を補償する方法が提案されている。この方法によると、上下方向の階調反転に関する視角特性は改善されるが、コントラストの視角特性はほとんど改善されない。

【0006】 また、特開平4-229828号、特開平4-258923号公報などに見られるように、一対の偏光板とTN液晶セルの間に、位相差フィルムを配置することによって視野角を拡大しようとする方法が提案されている。

10 【0007】 上記特許公報で提案された位相差フィルムは、液晶セルの表面に対して、垂直な方向に位相差がほぼゼロのものであり、真正面からはなんら光学的な作用を及ぼさず、傾けたときに位相差が発現し、液晶セルで発現する位相差を補償しようというものである。しかし、これらの方針によってもLCDの視野角はまだ不十分であり、更なる改良が望まれている。特に、車載用や、CRTの代替として考えた場合には、現状の視野角では全く対応できないのが実状である。

【0008】 更に、特開平5-80323号、特開平5-157913号、特開平4-113301号、EPO 576304A1明細書には、一対の偏光板と液晶セルとの間に、光学軸がフィルム面に対し垂直でもなく、平行でもない光学異方素子を配置することによって、視野角を拡大しようとする方法が提案されている。これら公報に記載の製造方法では、大量、かつ低成本で該光学異方素子を製造することは、非常に困難であった。

【0009】 特願平5-153265号明細書には、ディスコティック液晶なる、円盤状化合物を用いて該光学異方素子を低成本で大量に製造できる方法が記載されている。更に、本発明者は特願平5-236539号明細書において、円盤状化合物を含む層を面配向性の透明

30 フィルム上に設けた光学補償シートを発明した。この光学補償シートにおいては、円盤状化合物が配向膜上に配向してモノドメインをとっている事による、光学的に負の一軸性で光軸がシートの法線方向から傾いている特性と、面配向している透明支持体との相互作用により、全体として、光軸は持たないがレターデーションの絶対値について極小値が存在し、その方向がフィルムの法線方向から傾いているという光学特性を有しており、従来から提案されているTFT用光学補償シートに比べ、全方位にわたり視角特性を改良する事が出来た。

【0010】 一般に、液晶分子は界面の影響を非常に受けやすく、ラビング等の界面規制力により、液晶分子が方向性を持った配列（配向）をすることが知られている。この性質は、ディスコティック液晶においても当はまり、本発明のように、液晶分子の片面が開放系である場合には、通常、知られている塗布、乾燥方式では開放系側の空気の流れが、結果的に該ディスコティック液晶の配向ムラを生じさせ、液晶ディスプレイの場所により正面コントラストが変わるという問題点があった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、均一な配向を有するディスコティック液晶から成る位相差フィルムの製造方法を提供するものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】これらの課題は、以下の(1)～(3)の方法によって解決された。

(1) 支持体上に、少なくともディスコティック液晶から成る層を塗設し、該ディスコティック液晶を加熱、配向させる位相差フィルムの製造方法であって、該ディスコティック液晶溶液を塗布してから、少なくとも残留揮発分が4wt%以下となるまでの間、平均風速が3.0m/秒の加熱ゾーンを通過することを特徴とする位相差フィルムの製造方法。

(2) 該加熱ゾーンに遮風板が設けられていることを特徴とする(1)に記載の位相差フィルムの製造方法。

(3) 該加熱ゾーン中、あるいは該加熱ゾーン後に、光照射により該ディスコティック液晶分子を架橋する工程を含むことを特徴とする(1)に記載の位相差フィルムの製造方法。

【0013】本発明における位相差フィルムは、その製造過程において均一な配向を得るために工程を必要とする。具体的には、配向膜の形成された支持体にディスコティック液晶を塗布し、その後、ディスコネマティック相形成温度まで昇温するのである。これにより該液晶は斜め配向をし、その後の冷却、あるいは光や熱によるディスコティック液晶分子の架橋により配向を保つことができる。塗布直後から残留揮発分が減少し、該ディスコティック液晶分子が動きにくくなるまでの間、該ディスコティック表面は、熱以外の外界の影響を少なくすることが好ましい。残留溶剂量は、4wt%以下となることが好ましく、更には2wt%～0%となることが好ましい。該溶剤としては、特に限定はなく、該ディスコティック液晶分子を溶解せしめるものであれば良い。残留揮発分が、すばやく揮発するという点からは、チレンクロライド、メチルエチルケトン、アセトン等の低沸点溶媒が好ましい。熱以外の影響を少なくする具体的方法とし

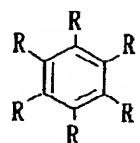
ては、風調板等により、加熱ゾーンの平均風速を下げたり、該加熱ゾーンに図1に示すような遮風板を用いることが挙げられる。該平均風速は、3.0m/秒以下が好ましく、1.5m/秒以下、0.1以上であれば、更に好ましい。

【0014】以下に、本発明の詳細な説明を行う。本発明の支持体は、ディスコティック液晶を含む層の支持体として利用されることが好ましいので、高分子化合物より成るフィルムであることが好ましい。該フィルムは光透過率が良好であることが好ましく、具体的には、光の透過率が80%以上である事が好ましい。素材としては特に制限はないが、ゼオネックス(日本ゼオン)、ARTON(日本合成ゴム)、フジタック(富士フィルム)などの商品名で売られている固有複屈折値が小さい素材から形成された支持体が、微妙な光学特性(負の一軸性、Re値等)を調製しやすい事から好ましい。しかし、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリスルホン等の固有複屈折値が大きい素材であっても製膜時に工夫すれば、それらも好適に利用できる。

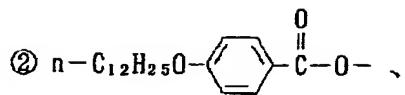
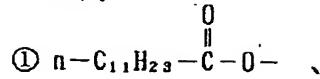
【0015】本発明のディスコティック液晶は、一般的に、ベンゼンや、1、3、5-トリアジン、カリクスアレンなどのような環状母核を分子の中心に配し、直鎖のアルキル基やアルコキシ基、置換ベンゾイルオキシ基等がその側鎖として放射状に置換された構造を示す。中でも、分子が配向しやすい、ずなわち物的に液晶性を示すディスコティック液晶化合物が好ましい。ディスコティック液晶化合物の具体例としては、Mol. Cryst. Liq. Cryst. 71巻、111頁(1981年)等に記載のベンゼン誘導体、トリフェニレン誘導体、トルキセン誘導体、フタロシアニン誘導体が挙げられる。ディスコティック液晶分子の配向固定のために、該ディスコティック液晶分子の側鎖に反応性の官能基を導入した化合物を用いることが好ましい。次に、本発明において好適に利用できる化合物の例を下記に列挙する。

【0016】

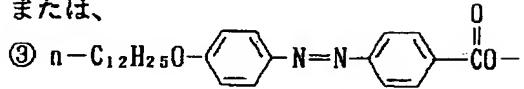
【化1】

5
TE-1

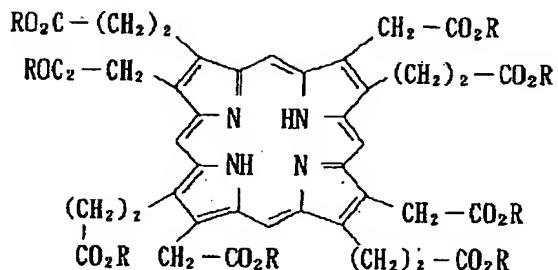
R は、



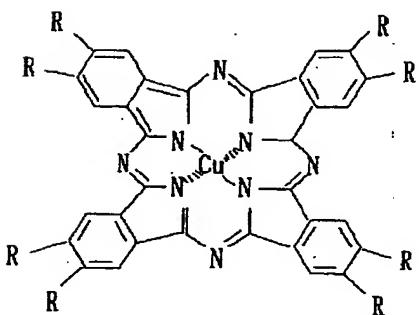
または、



TE-2

R は、 $n-C_{12}H_{25}-$

TE-3

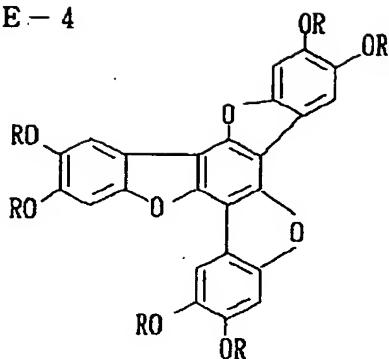
R は、 $C_{12}H_{25}OCH_2-$

【0017】

【化2】

7

TE-4

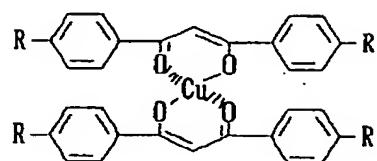


8

R は、

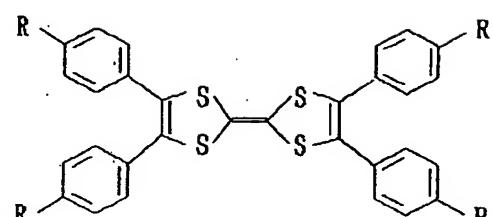
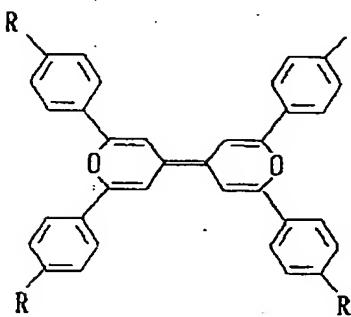
① $n-C_{12}H_{25}O-\text{C}_6H_4-C(=O)-$
 または、
 ② $n-C_{13}H_{27}-C(=O)-$

TE-5

R は、 $n-C_{10}H_{21}-$

TE-6

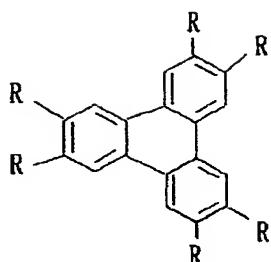
TE-7

R は、 $n-C_{16}H_{33}O-$ R は、 $n-C_8H_{17}-$

【0018】

【化3】

TE-8



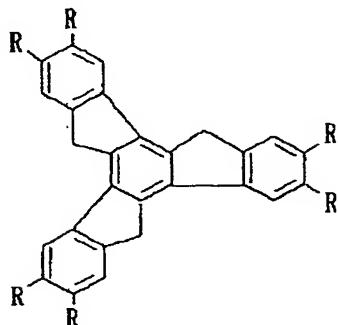
R は、

① $n-C_m H_{2m+1}O-$ ($m=2, 3, \dots, 15$) 、② $n-C_8 H_{17}-C(=O)-O-$ 、③ $n-C_8 H_{17}O-C(=O)-O-$ 、④ $n-C_7 H_{15}O-C(=O)-O-$ 、⑤ $n-C_5 H_{11}O-C(=O)-O-$ 、⑥ $n-C_m H_{2m+1}O-C(=O)-O-C(=O)-O-$ ($m=7, 8, 9, 10$) 、⑦ $CH_2=CH-C(=O)-O-C_m H_{2m}-O-C(=O)-O-$ ($m=4, 5, \dots, 10$) 、

または、

⑧ $CH_2=CH-C(=O)-O-C_m H_{2m}-O-C(=O)-O-$ ($m=4, 5, \dots, 10$)

TE-9



R は、

① $n-C_{10}H_{21}C(=O)-O-$ 、② $n-C_{16}H_{33}O-C(=O)-O-$ 、

または、

③ $CH_3O-C(=O)-NHCO-(CH_2)_6CO-$

【0019】これらディスコティック液晶の配向には、配向膜を用いることが好ましい。配向膜とは膜表面がある方向性を持つものであれば特に限定はなく、例えば特定の有機配向膜をラビングした配向膜、無機蒸着膜やマイクログループ等が挙げられる。また、アゾベンゼン誘導体からなるLB膜のように光により異性化を起こし、分子が方向性をもって均一に配列する薄膜などもこれに当たる。その他、電場、磁場により誘電性物質を配向させたものを用いることが可能である。

【0020】上記の有機配向膜としては、ポリイミド膜、ポリスチレン誘導体などがあり、水溶性のものとし

40 ては、ゼラチン膜やポリビニルアルコールなどが挙げられる。これらは全てラビングを施すことにより、ディスコティック液晶を斜めに配向させる事ができる。中でもアルキル変性のポリビニルアルコールが、ディスコティック液晶を均一に配向させる能力に優れていることを発見した。これは配向膜表面のアルキル鎖との強い相互作用の為と推測している。また、LCDの液晶配向膜として広く用いられているポリイミド膜も有機配向膜として好ましい。さらには、 SiO_2 、 TiO_2 を用いた無機蒸着膜を用いる事も可能である。上記配向膜は、その上に塗設されたディスコティック液晶分子の配向方向を決

定する作用があるので、その組合せを最適化する必要がある。以下、本発明と実施例に基づいて詳細に説明する。

【0021】

【実施例】

実施例1

ゼラチン薄膜 (0.1 μ m) を塗設したトリアセチルセルロースの8.5 μ m厚フィルム (富士写真フィルム (株) 製) を透明支持体とし、その上に長鎖アルキル変性PVA (クラレ (株) 製 MP-203) を塗設し、温風にて乾燥させた後、ラビング処理を行い、配向膜を形成した。この配向膜上に前記ディスコティック液晶TE-8⑧、トリプロピレングリコールジアクリレート、およびセルロースアセテートブチレートを重量比9:1:0.5で混合したものにメチルエチルケトンを加え、全体として20wt%溶液とし、更に光重合開始剤イルガキュアー907を適量加え、バーコーターで塗布を行った。塗布直後に図1に示すような、遮風板の設置された120°Cの加熱ゾーンに搬送させ、昇温、熱処理し、3kwのUV光を30秒照射し、およそ1.2 μ mのディスコティック液晶層を形成させ、位相差フィルムRF-1を作製した。

【0022】実施例2

実施例1の塗布物を、風調板により、平均風速が1.3m/秒とした、120°Cの加熱ゾーンの搬送させ、実施例1と同様のUV固定化を行うことにより、位相差フィルムRF-2を作製した。

【0023】比較例1

実施例1の塗布物を、平均風速が10m/秒の120°C

表2

	フィルム	正面コントラスト	視野角		備考
			上/下	左/右	
1	RF-1	100以上	9.5°	110°	本発明
2	RF-2	100以上	10.5°	120°	本発明
5	なし	100以上	6.1°	6.8°	比較例

【0029】表1、2から明らかな様に、本発明により、視野角を広げる効果があり、配向ムラの少ない位相差フィルムを製造することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1の方法を示す。

の加熱ゾーンの搬送させ、実施例1と同様のUV固定化を行うことにより、位相差フィルムRF-3を作製した。

【0024】位相差フィルムの配向ムラについては、クロスニコル下での透過光の色ムラを官能評価した。これらの結果を表1にまとめた。

【0025】

【表1】

表1

	フィルム	配向ムラ	備考
1	RF-1	ムラ無し	本発明
2	RF-2	ムラ無し	本発明
3	RF-3	部分的に無配向部有り	比較例

【0026】(液晶表示素子への組込み) 一対の偏光素子の間に、ネマチック液晶が90°の捻れ角で、かつ4.5 μ のギャップサイズとなる様に挟み込まれた液晶セルを有し、この偏光素子と液晶セルとの間に、実施例20で作成した位相差フィルムを、2枚積層して組込んだ液晶表示素子を作成した。

【0027】このTN型液晶表示に55Hzの矩形波の電圧を印加し、正面方向および上/下および左/右方向へ傾いた方向からのコントラストを、大塚電子製LCD-5000を用いて測定し、正面コントラストおよびコントラストが10以上となる上/下および左/右の視野角を求め、表2にまとめた。

【0028】

【表2】

表2

	フィルム	正面コントラスト	視野角		備考
			上/下	左/右	
1	RF-1	100以上	9.5°	110°	本発明
2	RF-2	100以上	10.5°	120°	本発明
5	なし	100以上	6.1°	6.8°	比較例

【符合の説明】

1. 塗布物
2. タッチローラー
3. 加熱風
4. 遮風板

【図1】

